

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	NORMA BRANŻOWA		BN-75	
	Metale wysokiej czystości Antymon		0899-07	
			Grupa katalogowa III 58	

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest antymon wysokiej czystości stosowany w przemyśle elektronicznym i do innych celów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Postać. Antymon wysokiej czystości produkuje się w postaci wlewków, prętów i granulek.

2.2. Gatunki. W zależności od składu chemicznego różni się trzy gatunki antymonu:

- Sb6N o zawartości Sb co najmniej 99,9999%,
- Sb5N5 o zawartości Sb co najmniej 99,9995%,
- Sb5N o zawartości Sb co najmniej 99,999%.

2.3. Przykład oznaczenia wlewka z antymonu wysokiej czystości w gatunku Sb5N:

WLEWEK Sb5N BN-75/0899-07

3. WYMAGANIA

3.1. Powierzchnia wlewków, prętów i granulek powinna być gładka, błyszcząca, bez pęknięć, odłamań, wyszczerbień, plam oraz obcych wtrąceń.

3.2. Wymiary

3.2.1. Wymiary wlewków należy uzgodnić między wytwórcą i zamawiającym.

3.2.2. Wymiary prętów

- średnica: 10, 15, 20, 25, 30 mm $\pm 0,5$ mm,
- długość maks: 300 mm ± 2 mm.

Dopuszcza się produkcję prętów o innych wymiarach po uprzednim uzgodnieniu między wytwórcą i zamawiającym.

3.2.3. Średnice granulek

powinny wynosić 0,5 mm ± 5 mm. Dopuszcza się produkcję granulek o innych wymiarach po uprzednim uzgodnieniu między wytwórcą i zamawiającym.

3.3. Skład chemiczny antymonu wysokiej czystości podano wg tabl. 1.

Tablica 1

Gatunek		Sb %,min	Skład chemiczny								
			Dopuszczalne zanieczyszczenia w ppm ^{1/} 2/								
Znak	Cecha		Cu	Mg	Ni	Fe	Pb	In	Ga	As	Ogółem
Sb 99,9999	Sb6N	99,9999	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	-	-	-	1
Sb 99,9995	Sb5N5	99,9995	0,5	1	0,5	0,5	1	0,5	1	2	5
Sb 99,999	Sb5N	99,999	0,5	1	1	1	2	1	2	3	10

1/ Inne zanieczyszczenia niewykrywalne w warunkach analizy wg 5.5.
2/ Po uzgodnieniu między wytwórcą i zamawiającym dopuszcza się produkcję antymonu wysokiej czystości o innej zawartości zanieczyszczeń przy zachowaniu warunku, że suma ich nie przekroczy dopuszczalnej zawartości maksymalnej.

3.4. Cechowanie. Do każdego jednostkowego opakowania wyrobu należy przymocować przywieszkę zawierającą co najmniej:

- a/ znak wytwórcy,
- b/ cechę materiału,
- c/ numer partii,
- d/ masę netto,
- e/ datę produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Każdy wlewek lub pręt należy pakować do woreczka polietylenowego, a granulki - do woreczków lub słoików polietylenowych. Masa jednostkowego opakowania granulek powinna wynosić co najmniej 100 g. Opakowane wlewki, pręty i granulki należy umieścić w skrzynkach drewnianych i uszczelnić watą celulozową dla zabezpieczenia ich przed mechanicznym uszkodzeniem. Na każdej skrzynce należy umieścić przywieszkę zawierającą dane a/ e/ wg 3.4.

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych
Ustanowiona przez Generalnego Dyrektora Zjednoczenia Górniczo-Hutniczego Metali Nieżelaznych METALE
dnia 3 grudnia 1975 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1976 poz. 23)

Ponadto na każdym opakowaniu należy umieścić napis: **Nie rzucać.**

4.2. Przechowywanie. Wlewki, pręty i granulki opakowane wg 4.1 należy przechowywać w suchych i czystych pomieszczeniach wolnych od szkodliwych par i gazów.

4.3. Transport. Wlewki, pręty i granulki należy przewozić czystymi i krytymi środkami transportowymi z zachowaniem obowiązujących przepisów w transporcie.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a/ sprawdzenie powierzchni,
- b/ sprawdzenie wymiarów,
- c/ sprawdzenie składu chemicznego.

5.2. Partia. Partię stanowi antymon wysokiej czystości jednego gatunku, jednej postaci i wymiarów pochodzący z jednego wytopu. Masy partii nie ogranicza się.

5.3. Pobieranie próbek

5.3.1. Próbkki do sprawdzenia powierzchni. Sprawdzeniu powierzchni podlegają wszystkie wlewki i pręty wchodzące w skład partii.

Powierzchnię granulek sprawdza się na próbce w ilości 45 g pobranej z trzech jednostkowych opakowań przez odsypanie po 15 g z każdego i uśrednienie przez wymieszanie.

5.3.2. Próbkki do sprawdzenia wymiarów. Sprawdzeniu wymiarów podlegają wszystkie pręty. Wymiary wlewków i granulek gwarantuje dostawca.

5.3.3. Próbkki do sprawdzenia składu chemicznego wlewków należy pobrać przez nawiercenie trzech wlewków wiertłem ze stali szybkoobrotowej w trzech miejscach, natomiast dla prętów - przez nacięcie obu końców nożem ze stali szybkoobrotowej, a następnie uśrednić przez wymieszanie. Masa uśrednionych próbek powinna wynosić 50 g.

Sprawdzenie składu chemicznego granulek wykonuje się w próbce pobranej wg 5.3.1.

Na woreczku z folii z próbką należy umieścić:

- a/ nazwę zamawiającego,
- b/ cechę gatunku,
- c/ postać,
- d/ numer partii,
- e/ datę pobrania próbki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie powierzchni przeprowadza się nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Sprawdzenie wymiarów

5.4.2.1. Sprawdzenie wymiarów prętów. Sprawdzenie średnicy prętów przeprowadza się suwmiarką z dokładnością do 0,1 mm. Sprawdzenie długości prętów przeprowadza się przymiarem liniowym z dokładnością do 1 mm.

5.4.2.2. Sprawdzenie wymiarów granulek przeprowadza się metodami uzgodnionymi między zamawiającym i wytwórcą.

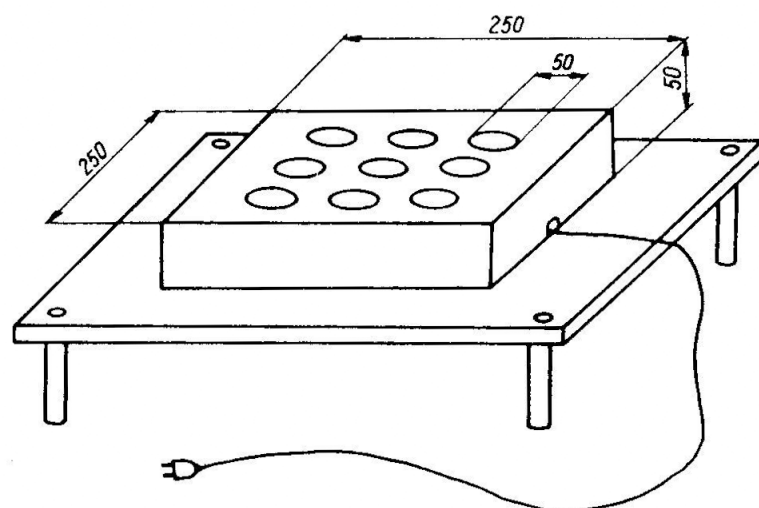
5.4.3. Sprawdzenie składu chemicznego

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki wstężonym kwasie solnym z dodatkiem bromu, odparowanie do sucha na proszku grafitowym z dodatkiem chlorku sodowego, ponowne odparowanie z dodatkiem kwasu solnego i bromu. Wzbudzenie widma wzorców i badanych próbek w łuku prądu stałego oraz rejestracja na płycie fotograficznej. Wykreślenie krzywych analitycznych dla poszczególnych pierwiastków w oparciu o pomiary fotometryczne zaczerwień linii analitycznych w próbkach wzorcowych. Odczytanie z krzywych analitycznych zawartości oznaczanych zanieczyszczeń w próbkach na podstawie pomiarów zaczerwień linii wykonanych w warunkach analogicznych dla próbek wzorcowych.

5.4.3.2. Aparatura i urządzenia - wg tabl. 2 i rys. 1.

Tablica 2

Nazwa	Opis
Generator łuku prądu stałego	np. ABR-3
Aparatura spektralna	spektrograf kwarcowy średniej dyspersji np. ISP-28
Parownica	kwarcowa, pojemność 50 cm ³
Moździerz	agatowy
Promiennik podczerwieni	
Piec elektryczny	grafitowy lub teflonowy o mocy 800-1000 W zasilany poprzez autotransformator /rys. 1/
Komora	ze szkła organicznego
Buteleczki do przechowywania wzorców	polietylenowe
Mikrofotometr	np. MF-2
Spektroprojektor	np. SP-2



BN-75/0899-07-1

Rys. 1. Piec elektryczny

5.4.3.3. Materiały pomocnicze i odczynniki - wg tabl. 3.

Tablica 3

Nazwa	Opis
Kwas solny	sp.cz. /1,18/
Chlorek sodowy	sp.cz.
Tlenek miedziowy	sp.cz.
Trójtlenek indu	sp.cz.
Tlenek niklawy	sp.cz.
Trójtlenek galu	sp.cz.
Tlenek ołowiawy	sp.cz.
Tlenek magnezowy	sp.cz.
Trójtlenek żelaza	sp.cz.
Brom	cz.d.a.
Alkohol etylowy	sp.cz.
<u>Wywoływacz:</u>	
Roztwór A:	4 g metolu, 40 g bezwodnego siarczynu sodowego, 12 g hydrochinonu i 9 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³
Roztwór B:	50 g węglanu sodowego rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm ³
<u>Utrwalacz:</u>	400 g tiosiarczanu sodowego, 26 g pirosiarczynu sodowego rozpuścić w 1 dm ³ wody destylowanej
<u>Kąpiel hartująca:</u>	500 g alunu chromowopotasowego rozpuścić na gorąco w 1 dm ³ wody destylowanej
Proszek grafitowy	np. SU-601 firmy Topolcany
Elektrody grafitowe	np. SU-202 i SU-305 firmy Topolcany
Płyty fotograficzne	np. Blau Rapid firmy ORWO

5.4.3.4. Przygotowanie wzorców

a/ Mieszanina I, zawierająca po 1 procencie każdego zanieczyszczenia. Odważyć 0,050 g tlenku miedziowego; 0,049 g trójtlenku indu; 0,051 g tlenku niklawego; 0,054 g trójtlenku galu; 0,043 g tlenku ołowiawego; 0,066 g tlenku magnezowego; 0,054 g trójtlenku żelaza utrzeć w moździerzu agatowym z 3,636 g proszku grafitowego SU-601, dodając 5 cm³ alkoholu etylowego. Po utarciu alkohol odparować pod promiennikiem. Mieszaninę utrzeć ponownie i umieścić w słoiku polietylenowym.

b/ Mieszanina II, zawierająca po 0,2 procent oznaczanych pierwiastków. Odważyć 800 mg mieszaniny I, utrzeć z 3200 mg proszku grafitowego SU-601 dodając 6 cm³ alkoholu etylowego. Wsuszyć pod promiennikiem i ponownie utrzeć.

c/ Mieszanina III, zawierająca po 5·10⁻² procent oznaczanych pierwiastków. Odważyć 1000 mg mieszaniny II, 3000 mg proszku grafitowego i postępować jak wyżej.

d/ Mieszanina IV, zawierająca po 1·10⁻² procent oznaczanych pierwiastków z dodatkiem 5 procent chlorku sodowego.

Odważyć 1000 mg mieszaniny III i 4000 mg proszku grafitowego, dodać 5 cm³ kwasu solnego, 5 cm³ alkoholu etylowego, wymieszać w moździerzu, następnie dodać 250 mg chlorku sodowego, utrzeć, a następnie wysuszyć i ponownie utrzeć.

e/ Mieszanina V proszku grafitowego SU-601 z dodatkiem 5 procent chlorku sodowego.

Odważyć 28,5 g proszku grafitowego oraz 1,5 g chlorku sodowego i ucierać przez 30 min.

Wzorce przygotować wychodząc z mieszaniny IV, którą należy rozcieńczyć proszkiem grafitowym z dodatkiem chlorku sodowego. Poszczególne wzorce ucierać z 5 cm³ alkoholu etylowego, odparować pod promiennikiem, ucierać ponownie i umieszczać w słoikach polietylenowych.

Robocze wzorce przygotować wg tabl. 4.

Tablica 4

Numer wzorca	Numer mieszaniny wyjściowej	Ilość mieszaniny wyjściowej mg	Ilość proszku grafitów z 5 procentami NaCl mg	Stężenie pierwiastków w mieszaninie końcowej %
1	IV	1200	2800	3·10 ⁻³
2	1 wzorzec	1000	2000	1·10 ⁻³
3	2 wzorzec	1200	2800	3·10 ⁻⁴
4	3 wzorzec	1000	2000	1·10 ⁻⁴
5	4 wzorzec	1200	2800	3·10 ⁻⁵

5.4.3.5. Przygotowanie aparatury spektralnej. Aparaturę przygotować wg parametrów podanych w tabl. 5.

Tablica 5

Warunki analityczne dla spektrografu ISP-28	
Aparatura i czynności	Określenie warunków
Zakres widma	220 - 460 nm
Oświetlenie szczeliny	trójsoczewkowe
Przesłona	na pełnym otworze
Szerokość szczeliny	0,010 mm
Wysokość szczeliny	1 mm
Płyty fotograficzne	Blau Rapid firmy ORWO
Międzyelektrodowa przerwa analityczna	2 mm
Wzbudzenie widma	łuk prądu stałego o natężeniu 6 A /dolna anoda/
Czas naświetlania	30 s

cd. tabl. 5

Warunki analityczne dla spektrografu ISP-28	
Aparatura i czynności	Określenie warunków
Proces fotograficzny	Roztwory A i B przygotowane wg 5.4.3.3 zmieszać z wodą w stosunku 1:1:2. Temperatura kąpeli fotograficznej $19^{\circ}\text{C} \pm 0,5$. Czas wywoływania 40 s. Po przemyciu wodą hartować w ciągu 30 s i utrwalić w ciągu 15 min. Płytkę wypłukać w bieżącej wodzie i wysuszyć
Mikrofotometr	MF-2
Szerokość szczeliny	0,040 mm
Wysokość szczeliny	10 mm
Skala odczytów wychyleń galwanometru	W

5.4.3.6. Wykonanie oznaczania. Próbkę antymonu utrzyć w moździerzu agatowym celem uśrednienia. Umieścić 1 g antymonu w parownicy kwarcowej uprzednio zważonej pojemności 50 cm^3 , dodać 3 cm^3 kwasu solnego. Celem ochłodzenia wstawić parownicę do naczynia z wodą i lodem i z wkraplacza wkropić powoli 2 cm^3 bromu. Po zakończeniu burzliwej reakcji umieścić parownicę w komorze na piecu grafitowym i podgrzewać powoli do rozpuszczenia się metalu. Następnie zwiększyć temperaturę i odparować roztwór do objętości 1 cm^3 , dodać 70 mg proszku grafitowego z dodatkiem chlorku sodowego i odparować do sucha.

Zmywając ścianki parownicy wkropić 1 cm^3 kwasu solnego /1,18/ oraz 1 cm^3 bromu i odparować do sucha do wystąpienia białych dymów.

Po ochłodzeniu parownicy zważyć ją, a suchy proszek uśrednić łopatką teflonową. Odważyć do elektrod trzy razy po 20 mg każdej próbki wzorców i ślepej próbki.

Po przygotowaniu aparatury zgodnie z tabl. 5 założyć płytkę fotograficzną do kasety spektrograficznej. Zamocować w statywie spektrografu elektrody i nastawić za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego międzyelektrodową przerwę analityczną na 2 mm. Po ustawieniu układu elektrod w osi optycznej spektrografu wzbudzić próbkę do świecenia załączając poprzez wyłącznik zegarowy generator łuku na 30 s. Na płytkę naświetlać kolejno trzykrotnie widmo każdego wzorca oraz analizowanej próbki.

Po wykonaniu spektrogramów poddać płytkę procesowi obróbki fotograficznej, przy czym temperatura kąpeli fotograficznej wynosząca 19°C powinna być stała w granicach $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Zanurzona do wywoływacza płytka powinna być jednocześnie pokryta roztworem na całej powierzchni.

Dla równomiernego mieszania roztworu wywoływacza należy kuwetę jednostajnie kołysać. Czas wywoływania powinien wynosić 40 s. Następnie proces wywoływania przerwać przez intensywne płukanie wodą i hartować w ciągu 30 s.

Obraz widma utrwalić przetrzymując płytkę w utrwalaczu przez około 15 min po czym płukać w strumieniu bieżącej wody i wysuszyć.

Podczas suszenia płytki zwracać uwagę na to, aby powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu. Następnie fotometrować za pomocą mikrofotometru zaczernienia linii spektralnych podanych w tabl. 6.

Tablica 6

Pierwiastek oznaczany	Długość linii nm	Stopień osłabienia %
Fe	248,81	50
Mg	280,27	10
Pb	283,30	50
Ga	294,46	10
Ni	305,08	50
In	325,60	10
Cu	327,39	10

Pomiar zaczernień linii rozpocząć po upływie około 15 min od chwili zapalenia się żarówki mikrofotometru. W ciągu tego czasu reguluje się ostrość obrazu na ekranie mikrofotometru oraz ustawia linie spektralne na płycie fotograficznej równolegle do szczeliny mikrofotometru.

5.4.3.7. Obliczenie wyników. Dla każdego zarejestrowanego widma odczytać zaczernienie linii oznaczanych pierwiastków na skali W.

Następnie sporządzić wykres na papierze jednostronnie logarymicznym w układzie współrzędnych W/lg c odkładając na osi odciętych logarytm stężenia pierwiastka w poszczególnych wzorcach w ppm. Na osi rzędnych odłożyć wartości W dla każdego wzorca. Wykreślić krzywą analityczną. Z krzywej analitycznej odczytać wprost na osi odciętych stężenie oznaczanych zanieczyszczeń w ppm dla koncentracji. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników z trzech pojedynczych oznaczeń. Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń / X / w ppm obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a(k-a)}{m}$$

w którym:

a - masa koncentratu, g,

k - stężenie zanieczyszczenia w koncentracji próbki odczytane z krzywej wzorcowej, ppm,

s - stężenie zanieczyszczenia w koncentracji ślepej próbki odczytane z krzywej wzorcowej, ppm,

m - odważka próbki, g.

5.4.3.8. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń ± 15 procent.

5.4.3.9. Precyzja metody - wg tabl. 7

Tablica 7

Pierwiastek	Zawartość średnia \bar{X} $\times 10^{-4}$ %	Odchylenie standardowe pojed. wyniku S	Względne odchylenie standardowe % V	Ilość oznaczeń n
Fe	2,9	0,92	32,2	10
Mg	3,3	0,46	13,9	10
Pb	3,0	0,42	14,0	10
Ca	3,2	0,799	25,0	10
In	3,0	0,31	10,3	10
Cu	3,3	0,485	14,7	10
Ni	3,2	0,476	14,8	10

w którym:

$$\text{zawartość średnia } X = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

$$\text{odchylenie standardowe } S = \frac{(\bar{X} - X_i)^2}{n-1}$$

$$\text{względne odchylenie standardowe } V = \frac{S}{X} \cdot 100$$

X_i - wynik pojedynczego pomiaru

n - liczba pomiarów

5.4.4. Spektrofotometryczne oznaczanie arsenu

5.4.4.1. Zasada oznaczania. Rozpuszczenie antymonu w roztworze kwasu solnego z dodatkiem bromu, oddestylowanie trójwartościowego arsenu, redestylacja, odparowanie z kwasem azotowym i kolorymetryczne oznaczanie arsenu z odczynnikami molibdenowym przy 840 nm.

5.4.4.2. Aparatura i urządzenia

- Aparat kwarcowy do destylacji arsenu /rys. 2/.
- Spektrofotometr.
- Kolby pomiarowe pojemności 10 cm³.
- Piec grafitowy.

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy sp.cz. /1,4/.
- Kwas solny sp.cz. /1.18/, roztwór /1+1/.
- Kwas siarkowy, roztwór /1+8/.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.
- Siarczan hydrazyny cz.d.a.
- Wzorcowe roztwory arsenu: **Roztwór A:** 1,3200 g trójtlenku arsenu rozpuścić w 20 cm³ 2n roztworu wodorotlenku sodowego i rozcieńczyć wodą destyloowaną do 1 dm³ w kolbie pomiarowej.
1 cm³ roztworu A zawiera 1 mg As.
Roztwór B: 5 cm³ roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³, uzupełnić do kreski wodą destyloowaną i wymieszać. 1 cm³ roztworu B zawiera 10 µg As.
g/ Wodorotlenek sodowy, roztwór 2n.

h/ Odczynnik molibdenowy: a/ 1 g molibdenu amonowego /NH₄/₆Mo₇O₂₄·4H₂O, cz.d.a. rozpuścić w 100 cm³ kwasu siarkowego /1+8/.

b/ 0,20 g siarczanu hydrazyny rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej.

Przed użyciem zmieszać 10 cm³ roztworu a/ z 10 cm³ roztworu b/ i rozcieńczyć wodą destyloowaną do 100 cm³ w kolbie pomiarowej.

5.4.4.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. 10 g zmielonego antymonu umieścić w zlewce pojemności 100 cm³, dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/ i wymieszać. Z biurety wkraplać po ściance zlewki po 4 krople bromu /zlewka powinna być przy tym zanurzona w wodzie chłodzącej / po każdym dodaniu bromu zawartość zlewki dobrze wymieszać. Brom dodawać tak długo, aż roztwór przybierze czerwone zabarwienie nie znikające przy mieszaniu. Wówczas ciecz zlać z nad nierozpuszczonej pozostałości do kolby destylacyjnej pojemności 200 cm³, a do nierozpuszczonej pozostałości dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/ i znowu wkraplać brom, aż do całkowitego rozpuszczenia antymonu, /do całkowitego rozpuszczenia 10 g antymonu zużywa się około 7 cm³ bromu/. Roztwór wlać do kolby destylacyjnej, dodać 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy i 0,5 g siarczanu hydrazyny oraz lekko ogrzewać. Oddestylować połowę cieczy /destylacja trwa 30-50 minut/.

Destylat odbierać do cylindra pomiarowego pojemności 50 cm³ z 10 cm³ wody destylowanej, zanurzonego w zlewce z wodą chłodzącą. Po zakończonej destylacji przewód destylacyjny przepłukać małą ilością roztworu kwasu solnego /1+1/ do odbieralnika. Destylat odrzucić. Do pozostałości w kolbie destylacyjnej dodać 10 cm³ roztworu kwasu solnego /1+1/, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,5 g siarczanu hydrazyny i około 0,15 cm³ bromu i ponownie destylować jak poprzednio do odbieralnika z 10 cm³ wody destylowanej. Pozostałość po destylacji /nazwaną w dalszym postępowaniu roztworem F/ przelać do naczynka oplukanego roztworem kwasu solnego /1+1/ i przechowywać do dalszego postępowania. Kolbę destylacyjną oplukać najpierw kwasem solnym a potem wodą. Ciecz z odbieralnika wlać do kolby destylacyjnej i dodać 10 cm³ kwasu solnego /1.18/, tak aby stężenie tego kwasu w roztworze było znowu 1+1. Następnie dodać 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 0,5 g siarczanu hydrazyny i około 0,15 cm³ bromu i ponownie destylować jak poprzednio do odbieralnika z 10 cm³ wody destylowanej. Pozostałość po destylacji odrzucić, a ciecz z odbieralnika przelać do zlewki pojemności 50 cm³, dodać 10 cm³ kwasu azotowego, wymieszać i odparować do małej objętości na piecu grafitowym, a następnie na łaźni wodnej do sucha. Zlewkę z suchą pozostałością ogrzewać w suszarce w 130°C przez 1 godz. Po ostygnięciu dodać do zlewki 6 cm³ odczynnika molibdenowego świeżo przygotowa-

nego. Równocześnie dodać 6 cm^3 odczynnika molibdenowego do drugiej czystej zlewki pojemności 50 cm^3 . Obie zlewki ogrzewać na łaźni wodnej przez 8 minut. Po ostygnięciu przelać zawartość zlewek do kolb pomiarowych pojemności 10 cm^3 i dopełnić do kreski odczynnikiem molibdenowym. Próbkę z destylacji fotometrować w odniesieniu do ślepej próby przy 840 nm . Roztwór F przelać do pustej kolby destylacyjnej przemytej roztworem kwasu solnego /1+1/, dodać 10 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, $0,5 \text{ g}$ siarczanu hydrazyny, $2 \mu\text{g}$ arsenu w roztworze wzorcowym, $0,15 \text{ cm}^3$ bromu i destylować jak poprzednio. Pozostałość po destylacji nazwaną roztworem G przechowywać. Destylat redestylować jak poprzednio i oznaczyć arsen fotometrycznie. Takie same destylacje i oznaczenia przeprowadzić z dodatkami $4, 6, 8, 10 \mu\text{g}$ arsenu w roztworze G. Sporządzić wykres wzorcowy zależności absorpcji od zawartości arsenu.

5.4.4.5. Wykonanie oznaczania. Odważyć 10 g antymonu drobno zmielonego, umieścić w zlewce pojemności 100 cm^3 i postępować dalej tak jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej, aż do zakończenia pierwszej destylacji. Pozostałość po destylacji odrzucić. Kolbę destylacyjną spłukać najpierw kwasem solnym, a potem wodą destylovaną. Ciecz z odbieralnika wlać do kolby destylacyjnej, dodać 10 cm^3 kwasu solnego /1,18/, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, $0,5 \text{ g}$ siarczanu hydrazyny, około $0,15 \text{ cm}^3$ bromu i ponownie destylować jak poprzednio do odbieralnika z 10 cm^3 wody destylowanej. Po zakończeniu destylacji przelać ciecz z odbieralnika do zlewki pojemności 50 cm^3 , dodać 10 cm^3 kwasu azotowego, wymieszać, odparować do małej objętości po czym na łaźni wodnej do sucha. Dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zawartość arsenu odczytać z krzywej wzorcowej.

5.4.4.6. Obliczanie wyników. Zawartość arsenu obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{b \cdot v}{m} \cdot 100$$

w którym:

b - ilość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm^3 ,

v - objętość roztworu barwnego, cm^3 ,

m - odważka próbki, g .

Przeliczyć procenty na ppm /1 ppm = $1 \cdot 10^{-4}\%$ /.

K O N I E C .

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice.

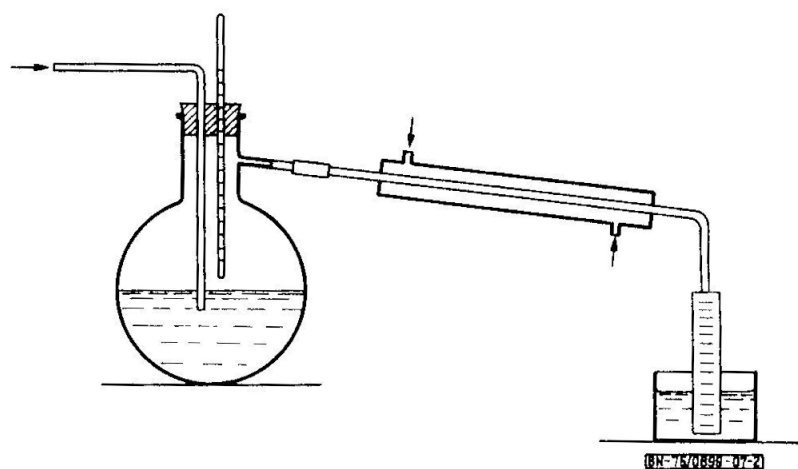
2. Normy związane:

BN-74/0809-01 Metale nieżelazne. Zaświadczenie jakości

i atest

3. Zalecenia międzynarodowe:

RWPG PC 3376-72 Сурьма. Марки и технические требования



Rys. 2. Aparat do wydestylowania arsenu

5.4.4.7. Dopuszczalne różnice między wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać ± 10 procent.

5.5. Pozostałe zanieczyszczenia. Zanieczyszczenia nie ujęte w tabl. 1 powinny być niewykrywalne metodą bezpośredniej analizy spektralnej przy zastosowaniu następujących warunków:

- wielkość próbki 40 mg ,
- elektrody: dolna - anoda SU-305; górna - katoda SU-202,
- odległość między elektrodami 3 mm ,
- łuk prądu stałego I-7A; U-220 V,
- spektrograf np. ISP-28,
- oświetlenie szczeliny - trójsoczewkowe,
- czas naświetlania - 40 sekund ,
- szerokość szczeliny spektrografu - $40 \mu\text{m}$,
- klisza Blau Rapid firmy ORWO,
- obróbka fotograficzna wg 5.4.3.6.

5.6. Ocena wyników badań. Jeżeli wlewki, pręty lub granulki nie spełniają wymagań 3.1, 3.2 lub 3.3 partię należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

5.7. Atest. Do każdej partii wlewków, prętów i granulki należy dołączyć atest wg BN-74/0809-01 p.2.

4. Dotychczasowe normy:

Dotychczasowa norma ZN-73/MPC-MN-02321 zostaje unieważniona z dniem 1 lipca 1976 r.

5. Autorzy projektu normy - mgr inż. Władysław Szponder i mgr Zofia Sokółowska, Zakład Doświadczalny przy Hucie Aluminium w Skawnicie.